Searching PAJ

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

62-291564

(43)Date of publication of application: 18.12.1987

(51)Int.CI.

G01N 31/22 B03C 3/02

G01N 31/22

(21)Application number: 61-133890

(71)Applicant:

DUSKIN CO LTD

(22) Date of filing:

11.06.1986

(72)Inventor:

**KAJIMAKI MASAO** 

NAKAJIMA YOSHIHIRO YAMAMOTO HIROSHI MATSUDA NOBORU

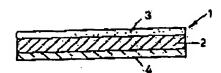
### (54) OZONE DETECTION ELEMENT

(57)Abstract:

PURPOSE: To quantitatively detect ozone, by containing a triphenylmethane

leuco dye and an acid stabilizer.

CONSTITUTION: A detection element 1 consists of a support 2 comprising paper or a film and the coating or impregnation layer 3 comprising a composition containing a triphenylmethane leuco dye and an acid stabilizer applied to one surface of the support 2. A pressure-sensitive adhesive layer 4 may be provided to the back surface of the support 2 in order to fix the detection element 1 to a necessary area. The detection element 1 requires no operation infiltrating moisture and can be used in the detection of ozone in a so called dry state. Therefore, the development of sharp hue peculiar to the leuco dye can be obtained with respect to the quantity of ozone stably and quantitatively.



#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

19 日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

### ⑫ 公 開 特 許 公 報 (A)

昭62-291564

@Int.Cl.4	50	識別記号	庁内整理番号		❸公開	昭和62年(	198	7)12月18日
G 01 N 3	1/22 3/02	GAJ	8506-2G B-8616-4D					
B 03 C G 01 N 3	1/22	1 2 1	8506-2G	審查請求	未請求	発明の数	1	(全6頁)

**匈発明の名称** オゾン検出要素

②特 願 昭61-133890

**愛出** 願 昭61(1986)6月11日

正 男 茨木市山手台4丁目1番29号 79発 明 者 梶 巻 明 中 島 義 博 宝塚市中山五月台5-2番21-303 70発 者 四発 者 Щ 弘 豊中市中桜塚5丁目10番13号 眀 本 何発 明 者 昇 宇治市槙島町落合97-41 顋 株式会社 ダスキン 大阪市大淀区遵崎 4 丁目11番16号 创出 人

砂代 理 人 弁理士 鈴木 郁男

明 和 键

1. 発明の名称

オゾン検出要素

- 2. 特許請求の範囲
- (1) トリフェニルメタン系染料ロイコ体と酸安定 剤とを含有することを特徴とするオゾン検出要 第-
- (2) トリフェニルメタン系染料ロイコ体と触安定 前とを含有する発色預組成物が支持体に弦和層 一 乃至含硬層として設けられている特許請求の範 囲卵1項記載のオゾン検出要素。
  - (3) 醛安定剤がPK a が3.0 以下の無線隙又は有機酸から成る特許額求の範囲第1項記憶のオンシン検出要素。
  - (4) 殷安定剤がトリフェニルメタン系染料ロイコ 体当り0.5 乃至10重益%の量で存在する特許 請求の範囲第1項記載のオゾン検出要素。
  - (5) トリフェニルメタン系染料ロイコ体がロイコ クリスタルバイオレットであり、酸安定剤がリ ン酸である特許絡状の範囲係1項記載のオゾン

検出 要素。

3. 発明の詳細な説明:

(皮楽上の利用分野)

木を切は、オゾン検出要素に関するもので、より詳細には染料ロイコ体の酸化による発色を利用してオゾンを定位的に検出するための要素に関する。

(従来の技術)

従来オゾンの定量法としては次のものが知られている。

- (i)ヨウ化カリウム水溶液の石色を吸光度で消 定するか、遊離ヨウ素を稠定する方法、
- (ii) ガス中のオゾンの祭外部吸収 (253.7mμ)

を測定する方法、

(iii) 0 - ジクロロベンゼン溶液中の N - フェニルナフチルアミンの発色(400 ~485mμ)を利用する方法。

(N) 亜マンガンイオンのマンガンイオンへの般化を0-トルイジンで発色検出する方法。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、従来の方法はオゾン品を節便な 手段で定量的に検出するための要素に適用するに は宋だ不適当であることがわかった

例えば、上記(i)の力法で、ヨードカリ監別 紙を使用する場合には水分を含扱させる必要があり、保水剤を含張したものではうまく発色せず、 しかも思初色に変色することが確認された。また、上記(ii)の紫外線吸収を利用する方法では、格別の高価な姿質が必要となり、手軽な出 要素としては到底用い得ない。上記(ii)の方法は、溶液そのものが初期より寄色している上に、 反応性にも乏しく吸光度変化も少なく、後出要素としては不適当である。更に、上記(ly)の方法

とするオゾン検出要素が提供される。上述したト リフエニルメタン系染料ロイコ体と酸安定剤とを 含む組成物は、適当な支持体上に塗布層乃至含板 磨として設けて用いるのがよい。

#### (作用)

本発明のオゾン検出要素の一例を示す項1 図において、この検出要素1 は、紙辺いはフィルム海から成る支持体2 と、支持体の一方の表面で及び から成る支持体2 と、支持体の一方の表面をひとなる。 文学体2 の変布 アンエニルノタン系 発料ロイコ 体及 ひまん ない できる から 成っており、支持体2 の裏面には、後 犯 所 で と 必要 な で は な の と せ で き の の と せ で き の の と せ で ま の と な な な な に に 特 有 の の な に な な か ら し て 定 登 的 に で れ の な と し て 定 登 的 に な れ の な る た の な と し て 定 登 的 に の な る の る る 。

本発明のオゾン検出要素の優れた作用は、552 図と第3及び4図との対比並びに第5図と第6及 特開昭62-291564 (2)

は、分析法としては適当であるとしても、やはり 千軽な検出要素としては不適当である。

従って、太免明は、試験紙のようにオゾンの検 出が必要である所に手軽に位置させることによ り、オゾンの量を定量的に且つ明瞭な発色により 検出し得ると共に、オゾン以外の要因による発色 や変色が防止されたオゾン検出要素を提供することを理解とする。

#### (問題点を解決するための手段)

本発明者等は、種々の災料ロイコ体の内でもトリフェニルメタン系築料ロイコ体を選択し、且つこれを確安定制と組合せたものは、オゾンと定扱的に反応し、表示色としても鮮明な色が得られ、しかもオゾン般化以外の要因で着色乃至退色する傾向が少なく、オゾン指示楽として極めて優れており、添加された酸安定制によってその君色安定性も向上し且つ発色性も向上することを見出した。

即ち、本発明によれば、トリフェニルメタン系 染料ロイコ体と酸安定剤とを含有することを特徴

び7図との対比から直ちに明白となろう。 駄料 I A:

#### 狂1)

KHIB:

以料 1 A の密媒を用いロイコクリスタルパイオレット 単独を0.04% 濃度の砂酸とした。

#### **以料2**:

他のロイコ色素の例として、ペンゾイルロイコ

### 特開昭62-291564 (3)

メチレンブルー・1) を用いた。 試料 I A の 市 級 を 使用 し、ペンゾイルロイコメチレンブルーを0.04 %の速度に溶解し、試料 2 の 市 液 とした。

#### 註 2 )

#### 試料3:

溶媒として、モノクロルペンゼン: メタノール = 10:1の混合溶媒を使用し、N-フェニルー 2-ナフチルアミンの0.4 %違底の溶液とした。

各試料の300 m&に、オゾン温度40.1ppm のオゾン合有空気を、1.85&/分の流量で通気させ、通気時間と各試料の吸光度との関係を調べた。吸光度の測定には、試料1A及び1Bの場合には590 mµ、試料2の場合には460 mµ. 試料3の場合には410 mµの各被長の光を用い

使用した場合には、第2図の曲線1Bに示す通り、溶液は極めて不安定で空気中に放露するだけで青紫色への変化がみられる。これに対して、本発明に従い、解安定剤と組合せると、第2図の曲線1Aに示す通り、溶液は著しく安定化するとれた。は、オゾンとの反応性も増大し、ほぼ定量的な反応が速成される。しかも第5図から理解されるように、オゾンとの反応物は590 mu附近だけに吸収を有し、オゾンとの接触により不然色の増加が認められることから、表示色としても適していることが了解されよう。

#### (発明の作用効果)

本発明のオゾン検出要素は、各種試験紙のように、オゾンの検出が必要である所に手軽に位置させて、オゾンの量を定量的に且つ切除な免色により検出し得ると共に、オゾン以外の要因による免色や変色が助止されるという利点を有し、また調定に当っても、水による温調等の操作が不要でドライメンテナンスが可能であるという付加的利点をもわする。

た。得られた結果を、試料1A及び1Bについては第2例、試料2については第3回、及び試料3については第4回に実々示す。また、各試料について、各通気時間に対応して、分光吸収スペクトルを第5回に、試料2についての分光吸収スペクトルを第6回に、試料3についての分光吸収スペクトルを第7回に実々示す。

トリフェニルメタン系以外のロイコ色素(ベンプイルロイコメチレンブルー)を用いた場合は、
第3 図に示す通り、初期に誘導期があり、その後は直線的に吸光度の増加が認められるが、第6 図に示す通り、全波及域での吸光度増加のため、色調が退料色へと変化し、表示色として適当でない。また、公知のNーフェニルー2ーナフチルアミン抗示薬の場合、溶液そのものが初期より着色(效色)している上に、反応性に乏しく、しかも第7 図に示す通り色和の変化も得られないことから、木発明の目的には済さない。

また、ロイコクリスタルパイオレットを単独で

かくして、このオゾン検出要素は、オゾンを発生する必想機械類、例えばコロナ放電を利用する 空気消停機、砂堰級塵機、電子写真複写機、放電 加工機等のオゾンモニター等として有用である。 (不体例)

本発明に用いるトリフエニルメタン承染料ロイコ体としては、それ自体公知の任意のものを使用 し称るが、下記一般式

式中、R1 , R2 , R1 及びR4 の各々は 水素以子又は炭素数 4 以下のアルキル迄で あり、早は未型接或いはアミノ苗、カルボ キシル基或いはハロゲンで型換されたア リール基であり、環A及びBはハロゲン原 子又はアルキル及で置換されていてもよ い、

で長わされるロイコ体である。花Yを切成するア

特開昭62-291564 (4)

リール茲はフェニル茲又はナフチル茲であること が留ましい。

適当な例はこれに限定されないが次の応1姿の 通りである。

	*	エニル	ジメチルアミノフエニル	ジノチルアミノフェニル	"	オール	エニル	N-エチルアミノナフチル	N-フェニルアミノナフチル		これらの中でも、C.I.Bosic Violet 3のロイコ体、即ちロイコクリスタルバイオレットが終ましい。
		7ミノフエニル	ジャチル	N410		クロロフェニル	クロロフェニル	N - 1 9	N - 7 #	フェニル	E 0 6 C )
器	×	×	C H 3	C H,	**	*	24X 	£ °°	,	C H 2	暮ちゅ、
-	R,	H	=	C H 3	12	*	エル	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub>	"	C H,	10%
	2	Ŧ	C H 1	C H 1	* *	ï		C, Hs	"	C.H.	let 30 t
8	~	æ	C H 3	C H 3	<b>V</b> ")		# <b>\</b>	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub>	"	C H,	asic Vio
	ാ在	6 1	let 1	let 3	let 14	- 1	<b>S</b>	1 0	8 28	en 4	5. C.1.B
	#	C. I. Basic Red	C.I.Basic Violet 1	C. I. Basic Violet 3	C.f.Basic Violet 14	C.1.Basic Blue	C. l.Basic Blue	C. 1. Basic Blue	C.I.Basic Blue 28	C.1.Basic Green	のひたしてい.
	sk	C. I. Ba	C. I. Ba	C. I. Ba	C. J. Ba	G. 1.Ba	C. 1.Ba	C. 1.Ba	C. I.Bs	C. 1. Ba	これがおけます

競安定剤としては、PKaが3.0 以下の無機能 及び/又は有機酸が使用され、例えばリン酸、塩 酸、硝酸、硫酸、亜リン酸等の無機酸や、酢酸、 クエン酸、乳酸、シュウ酸、涸石酸、リンゴ酸、 安息香酸、トルエンスルホン酸、メタンスルホン 酸等の有磁酸が使用される。好適な酸安定剤はリ ン酸である。

トリフエニルメタン系染料ロイコ体と酸安定剂 との割合は、安定性及び発色性を堪塞して積々変 化 さ せ 得 る が ,....ー 股 に ロ イ コ 佑 山 近 龍 造 部 当 り 触 安 -定剤が0.5 乃至10.0重量館、特に1.0 乃至5.0 重 量部となる部合いで用いるのがよい。

上述した発色組成物には、所望により任意の配 合例、添加剤を配合することができ、例えば結准 初乃至褐刺、保温剂、充质剂、界面活性剂等を用 いることができる。紙、プラスチック节の基体に 盤布するほは、広範囲に変化させ作るが、一般に 5 0 乃至 5 0 0 mg/m² の竣工位で扱けるのがよ

実施例 1

トルエン:メタノールニ3:2の混合溶媒を使 用し、ロイコクリスタルバイオレット及びリン酸 を下記の造度で含む鎔液を興製した。

以料 1

ロイコクリスタルバイオレット

リン酸 0.2 %

武料 2

ロイコクリスタルバイオレット 0.04%

0.2 %

上記的液を運紙に対してしゅん/枚の量で合設 させ、乾燥してオゾン検出要素を作成した。

このオゾン検出要素を、コロナ放電型空気積移 機の活性フィルターに取付け、連続的に低過度の オゾン (0.01~0.03ppm)に爆舞させた。曝露陽 始、2日校、5日校、12日後及び27日梅のオ ゾン検出要素の発色状態を観察した。

**前浄機の使用時間の経過と共に検出要要に、水** 郊に遺族の高くなる脊索也の充色が認められた。

4. 図面の簡単な説明

第1図は木発明のオゾン検出要素の一例の断面

, ja

図であり、

羽2図は鉄料1A及び1Bについてのオゾン通 気時間と吸光度との関係を示す線図、

第3回は試料2についてのオゾン通気時間と吸 光度との関係を示す級図、

第4図は鉄料3についてのオゾン通気時間と吸 光度との関係を示す線図、

第5図は鉄料1Aの通気時間ごとの分光吸収スペクトル、

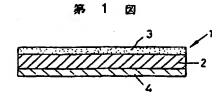
び6図は試料2の通気時間ごとの分光吸収スペ クトル

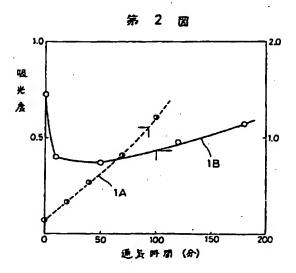
第7図は食料3の通気時間ごとの分光吸収スペクトルである。

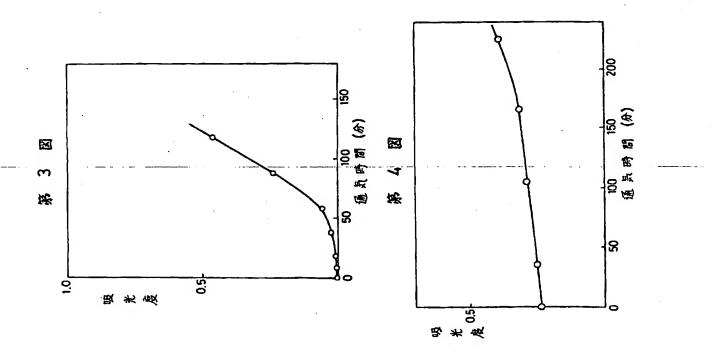
1 はオゾン検出要素、2 は基体、3 は免色層を 失々示す。

特許出願人 株式会社ダスキン 代理人 弁理士鈴 木部 男

## 特開昭62-291564 (5)







.) •

特開昭62-291564 (6)

